

COLUMN SYSTEM TREATING METHOD AND DEVICE**Publication number:** JP2001129388**Publication date:** 2001-05-15**Inventor:** SAKAMOTO KAZUHIKO; NAKAHARA HITOSHI;
KAMIOKA MASATOSHI; KASATANI NAOTO**Applicant:** NIPPON CATALYTIC CHEM IND**Classification:**

- International: B01D3/00; B01D3/14; B01D3/32; B01J19/00;
C07B61/00; C07B63/00; C07C51/46; C07C51/47;
C07C57/07; C07C57/075; C07C67/54; C07C69/54;
B01D3/00; B01D3/14; B01J19/00; C07B61/00;
C07B63/00; C07C51/42; C07C57/00; C07C67/00;
C07C69/00; (IPC1-7): B01J19/00; C07C51/46;
C07C57/07; C07C67/54

- European: B01D3/14B; B01D3/32B; C07C51/47; C07C67/54

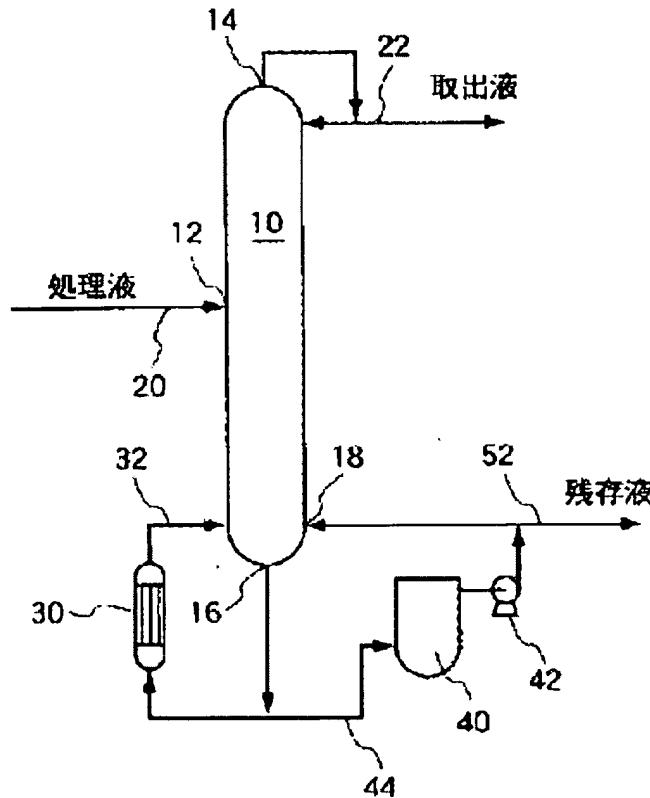
Application number: JP19990317547 19991108**Priority number(s):** JP19990317547 19991108**Also published as:**

EP1097741 (A2)

EP1097741 (A3)

[Report a data error here](#)**Abstract of JP2001129388**

PROBLEM TO BE SOLVED: To ensure the stable operation of a column system treatment by efficiently removing solid impurities such as a deposit and a polymerization product which are contained in a fluid to be treated or generated, in a column system treating method using a distillation column and the like. **SOLUTION:** This column system treating method comprises (a) a process to draw a treated fluid to the outside of a treating column 10 from an extracting outlet 16 on the column bottom side of the treating column 10 while the physical and chemical treatment of a fluid to be treated is set in progress in the treating column 10, (b) a process to remove solid impurities from the treated fluid extracted by the process (a), using a strainer or the like and (c) a process to return the treated fluid free from the solid impurities by the process (b) to the treating column 10 from a return opening 18 or the like. The solid impurities are efficiently removed from the treated fluid by performing the described processes consecutively.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-129388

(P2001-129388A)

(43)公開日 平成13年5月15日 (2001.5.15)

(51)Int.Cl.⁷
B 01 J 19/00
B 01 D 3/00
C 07 B 61/00
63/00
C 07 C 51/46

識別記号

F I
B 01 J 19/00
B 01 D 3/00
C 07 B 61/00
63/00
C 07 C 51/46

テマコード^{*}(参考)
B 4D076
Z 4G075
C 4H006
A

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平11-317547

(71)出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(22)出願日 平成11年11月8日 (1999.11.8)

(72)発明者 坂元 一彦

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 中原 整

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内

(74)代理人 100073461

弁理士 松本 武彦

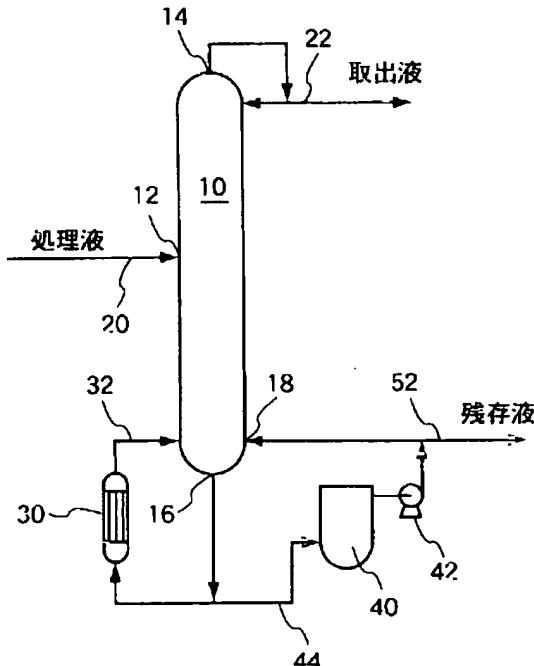
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 塔式処理方法および装置

(57)【要約】

【課題】 蒸留塔などの塔式処理方法において、処理流体中に含有されたり生成したりする析出物、重合物などの固体不純物を効率よく除去して、塔式処理が安定的に稼働できるようにする。

【解決手段】 処理塔10内で処理流体に対する物理的／化学的処理を進行させながら、処理塔10の塔底側の抜出口16などから処理塔10の外に処理流体を抜き出す工程(a)と、工程(a)で抜き出された処理流体からストレーナ40などで固体不純物を除去する工程(b)と、工程(b)で固体不純物が除去された処理流体を戻し口18などから処理塔に戻す工程(c)とを継続的に行うことで、処理流体から固体不純物を効率良く除去できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】処理塔に処理流体を導入し、処理塔内で処理流体に物理的および／または化学的処理を施し、処理が施された流体の一部を処理塔の塔頂側から取り出し、塔頂側から取り出されずに残った残存流体を処理塔の塔底側から抜き出す塔式処理方法であって、前記処理塔内で前記処理を進行させながら、処理塔の塔底側から処理塔の外に処理流体を抜き出す工程(a)と、工程(a)で抜き出された処理流体から固体不純物を除去する工程(b)と、工程(b)で固体不純物が除去された処理流体を処理塔に戻す工程(c)とを継続的に行う塔式処理方法。

【請求項2】前記処理塔が、蒸留塔、吸収塔、放散塔、抽出塔、捕集塔のいずれか1種である請求項1に記載の塔式処理方法。

【請求項3】前記工程(c)が、固体不純物が除去された処理流体を処理塔の塔底側に戻す請求項1または2に記載の塔式処理方法。

【請求項4】前記工程(b)が、処理流体を済過して固体不純物を除去する請求項1～3の何れかに記載の塔式処理方法。

【請求項5】(メタ)アクリル酸、または、(メタ)アクリル酸エステルの製造工程に含まれる処理である請求項1～4の何れかに記載の塔式処理方法。

【請求項6】前記工程(c)が、処理流体の一部を処理塔に戻し、処理流体の残部を残存流体として送り出す請求項1～5の何れかに記載の塔式処理方法。

【請求項7】請求項1～6の何れかに記載の塔式処理方法を実施する処理装置であって、

前記処理流体に前記処理を施す処理塔と、前記処理塔に配置され、前記処理流体を導入する導入口と、

前記処理塔の塔頂側に配置され、前記処理が施された流体の一部を取り出す取出口と、

前記処理塔の塔底側に配置され、処理塔内の前記処理流体を処理塔の外に抜き出し再び処理塔に戻す処理流体の循環経路と、

前記循環経路に配置され、前記処理流体から前記固体不純物を除去する不純物除去部とを備える塔式処理装置。

【請求項8】前記循環経路の途中で前記不純物除去部の下流側に、循環経路から分岐して、処理流体の一部を残存流体として送り出す送出部をさらに備える請求項7に記載の塔式処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、塔式処理方法および装置に関し、詳しくは、各種の化学製品を製造する際に利用され、塔状の処理空間すなわち処理塔に導入された処理流体に、処理流体成分の分離などの物理的処

理や反応などの化学的処理を施し、生成された目的物を、一旦蒸発させたあとで液化するなどして、処理塔の塔頂側から取り出す、蒸留塔などによる塔式処理方法を対象にしている。

【0002】

【従来の技術】各種の化学製品の製造工程において、蒸留塔、吸収塔、放散塔などの塔装置を用いる塔式処理方法は、工業的に広く一般的に採用されている。塔式処理方法では、液状あるいはガス状の処理流体を処理塔に連続的に導入しながら、処理塔内で処理流体を加熱したり攪拌したり別に供給された流体成分を作用させたりして目的とする物理的あるいは化学的な処理を施し、処理が施された流体の一部は、塔内に滞留した液の上部に浮上したり蒸発したりして塔の上方すなわち塔頂側に移動し、塔頂部分で液化させたりして回収し、塔頂側から処理塔の外部に連続的に取り出す。その結果、大量の前記処理作業を連続的に安定して実行できることになる。

【0003】このような塔式処理方法では、導入された処理流体に前記処理が施されるのに伴って、目的物以外に、処理流体中の成分が変成したり重合したりして不純物が生成されることがある。このような生成不純物は、目的物として取り出されずに、処理流体中に滞留したままになったり蓄積したりする。また、処理塔に導入される処理流体に元から含まれていた不純物も、処理塔内に滞留したり蓄積したりする。これらの不純物は通常、処理塔の塔底側に集まり易い。

【0004】処理塔内に滞留したり蓄積したりした不純物は、固体物として析出し、処理塔の内壁に付着して処理塔の伝熱特性を低下させたり、各種配管や機器等を詰まらせたり、不純物の一部が目的物に混入したり、処理液に施す化学的処理の品質性能を低下させたりする問題を起こす。具体的な例を挙げて説明する。蒸留塔、熱交換器およびこれらを連結する配管を備えてなる蒸留装置を用いて、(メタ)アクリル酸およびそのエステルの精製が行われている。

【0005】この蒸留処理において、(メタ)アクリル酸およびそのエステルは重合し易いので、蒸留塔内で重合物が生成し、重合物が蒸留塔の内壁等に付着してしまう。付着した重合物が蓄積すれば、蒸留塔が停止してしまうような事態をも招く。蒸留塔における処理品質を維持し、安定的に稼働させるには、定期的に蒸留塔を分解して、内壁に付着した重合物を除去する必要があり、大変に手間がかかり、生産性を大きく低下させている。

【0006】この問題を解決する方法として、蒸留塔内での重合を防止するために蒸留塔の塔底からガス状の酸素を導入する方法が、特公昭52-34606号公報、特公昭57-61015各公報に開示されている。特開平8-239341号公報には、精留塔の内部を降下する流下液を取り出し、その中に存在するポリマーを分離してから精留塔に再循環させる方法が開示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】前記した先行技術におけるガス状酸素の導入、降下還流液からのポリマー分離の何れの方法も、処理液内に蓄積される重合物などの不純物の除去を十分に行うことができなかった。短期間の稼働では、蒸留塔や精留塔が停止してしまうような問題にはならなくても、長期間の稼働を行うと、塔底液抜き出し管、塔底液送液ポンプ、リボイラー等の塔類が備える配管、熱交換器および配管の内部などに重合物が徐々に発生して付着し、やがては閉塞が起こって蒸留の継続が不可能となる。処理中に生成する重合物以外にも、前記したような処理液中に含まれていた不純物や、処理中に生成する変成物などの析出物も同様の問題を起こす。これら重合物、析出物の配管、機器内での付着は、さらなる析出、重合を増長させる。

【0008】なお、処理塔に導入する前の処理液を沪過しておいて、処理塔内に不純物が浸入するのを防ぐことが考えられるが、この方法は、処理塔内で生成される不純物には効果がない。塔底抜き出し液の全量を沪過してから次工程に移送することで次工程の処理装置に不純物が送り込まれるのを阻止したり次工程に至る配管に不純物が付着するのを防止したりする方法も考えられるが、処理塔内における不純物の付着防止には役に立たず、大量の不純物が含有された塔底抜き出し液を効率的に沪過することも困難である。

【0009】これら従来の処理方法では、配管、機器内における固体物の付着を十分に防止することができない。本発明の課題は、前記した蒸留塔などの塔式処理方法において、処理流体中に含有されていたり生成したりする析出物、重合物などの固体不純物を効率よく除去して、塔式処理が安定的に稼働できるようにすることである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明にかかる塔式処理方法は、処理塔に処理流体を導入し、処理塔内で処理流体に物理的および／または化学的処理を施し、処理が施された流体の一部は、処理塔の塔頂側から取り出し、取り出されずに残った残存流体は、処理塔の塔底側から送り出す塔式処理方法である。前記処理塔内で前記処理を行なながら、以下の工程(a)～(c)を継続的に行なう。

【0011】工程(a)：処理塔の塔底側から処理塔の外に処理流体を抜き出す。

工程(b)：工程(a)で抜き出された処理流体から固体不純物を除去する。

工程(c)：工程(b)で固体不純物が除去された処理流体を処理塔に戻す。

〔塔式処理方法〕蒸留、吸収、放散、精留、分離、抽出、吸着、捕集、その他の物理的処理工程あるいは化学的処理工程、さらには物理的処理と化学的処理が同時に

進行するような処理工程などを実行するために塔状をなす処理装置すなわち処理塔が用いられる。

【0012】本発明の方法及び装置は特に、物理的処理を行う処理塔に用いるのが好ましく、物理的処理を行う処理塔の中でも蒸留塔、精留塔に用いるのがより好ましい。これは、蒸留、吸収、精留などの物理的処理においては、処理流体が比較的に高温にさらされる場合が多く、その際、処理流体の重合、焦げ付きなどにより、塔内、特に塔底側での固体物の蓄積が起こり易いからである。この中でも、蒸留塔、精留塔は、塔底側にリボイラー等の重合、焦げ付きの起き易い部分を有しており固体物の蓄積が最も起こり易い。本発明の方法及び装置を用いることにより、これらの処理塔を安定に稼動させることができる。

【0013】処理塔の基本的な構造は、通常の処理塔と同様で良い。内部を処理流体が通過可能な処理塔には、処理流体を導入する導入口を備える。導入口は、通常、処理塔の中央部に設けられる。但し、処理塔の処理条件によっては、塔頂側から塔底側までの何れの位置に設けることもできる。塔底側とは、文字通りの塔底だけではなく、処理塔の側方あるいは上下の途中であっても、後述する取出口に比べて処理塔の下方になる位置を含む意味で用いている。導入口は、1個所だけの場合と、複数個所に設けられる場合とがある。

【0014】処理流体は、液体あるいはガスであり、処理流体には無機あるいは有機の処理物質からなる処理成分や溶媒などが含まれている。処理流体に固体物が含まれている場合もある。処理流体は1種類だけの場合と、複数種類の処理流体を同じ導入口あるいは別の導入口から処理塔に導入する場合とがある。処理流体は、処理塔に連続的あるいは断続的に導入される。

【0015】処理塔の内部は、完全な空洞であったり、処理流体の流れを制御するための仕切りやガイドが配置されていたり、処理流体を加熱したり冷却したりするための熱交換機構を備えていたり、処理流体を攪拌するための攪拌機構を備えていたり、処理流体と反応させたり何らかの作用を及ぼす固体物が充填されていたりする。これらの内部機構は、処理流体に施す前記処理の違いによって、通常の処理塔と同様の機構構造を適宜に組み合わせて配置しておくことができる。

【0016】処理塔に付随する設備として、処理塔の外にリボイラなどを備えておくことができる。リボイラは、処理塔内の処理流体を循環させて、処理流体の温度を制御する。処理塔の塔頂側には、処理流体に前記処理を施した結果として得られた流体の一部を取り出す取出口を備えている。取り出す目的物は、ガスであったり液体であったりする。取出口を設ける塔頂側とは、処理塔の頂上位置だけを意味するものではなく、処理塔の頂上に近い側面から処理塔の中央付近までを含み、後述する残存流体の抜出口に比べて相対的に塔頂に近い側の位置

を意味している。したがって、処理塔の全高に対して丁度真ん中の位置よりも低い場合もあり得る。取出口は、処理塔の塔頂部と中央部などの複数個所に設けられる場合もある。

【0017】処理塔の塔底側には、前記取出口からは取り出されずに処理塔内に残った残存流体を抜き出す抜出口を備えている。残存流体は、廃棄物として廃棄処理される場合と、次の工程で残存流体を用いて別の目的物を得るのに利用する場合がある。残存流体は通常、液状である。残存流体は、処理塔から連続的あるいは断続的に抜き出される。抜出口を設ける塔底側とは、前記取出口の取付位置に対して相対的に処理塔の底に近い位置を意味しており、処理塔の底だけを意味しているものではない。

〔不純物の除去〕処理塔の外に、処理塔内の処理流体を処理塔の外に抜き出し再び処理塔に戻す処理流体の循環経路を備えておき、この循環経路で不純物の除去を行う。

【0018】処理塔には、循環経路につながる処理流体の抜出口および戻し口を有する。抜出口および戻し口の設置場所は、処理塔における処理操作の運転条件などを考慮して適宜設定することができる。抜出口は塔底に設けておくのが好ましい。戻し口は、処理塔の塔底側で、塔底あるいは塔底に近い側面に設けておくのが好ましく、塔底に設けておくのがより好ましい。不純物が溜まり易い塔底側の処理流体を抜き出すことで、不純物の除去が効率的に行える。不純物を除去した処理流体を成分組成が同じ塔底側の処理流体に戻すと、処理塔内での処理に悪影響を与え難い。

【0019】循環経路は通常の配管路などで構成できる。循環経路には、循環経路内で処理流体を流通させるための流通手段として、ポンプを備えておくことができる。循環経路における処理流体の循環量は、多いほど不純物の除去は効率的に行えるが、処理液中の固体不純物の量や性状を考慮して適宜設定することができる。通常、処理塔から送り出す残存液の重量の0.05~100倍、好ましくは0.1~20倍、更に好ましくは0.2~5倍の処理液を循環経路で循環させて不純物を除去する。

【0020】処理塔の外で循環経路の途中に、処理流体から固体不純物を除去する不純物除去部を設けておく。不純物除去部では、通常の化学品製造技術において採用される各種の化学的あるいは物理的手段によって、処理流体から固体不純物を除去する。この中でも物理的手段を用いるのが好ましい。物理的手段は固体不純物を直接的に除去するため、化学的手段よりも除去効果が優れる場合が多い。具体的には、ストレーナやフィルタなどによる沪過が採用される。また、処理流体を薄層蒸発器に導入した後、薄層蒸発器より抜き出される液をストレーナに導入して不純物除去を行うこともできる。処理流体

をストレーナに導入したあと、ストレーナより抜き出された処理流体を薄層蒸発器に導入することもできる。

【0021】不純物除去部の設置場所は、処理流体が通過する循環経路上であれば、特に限定はない。不純物除去部を設ける循環経路は、前記した残存流体の抜き出し経路とは別に設けることもできるし、抜き出し経路と一緒に経路を共用することもできる。この共用構造として、循環経路を、不純物除去部よりも下流側で分岐させて、分岐した一方の経路は処理塔の戻し口に連結し、分岐した他方の経路は残存流体の抜き出し経路につなげておくことができる。また、処理塔に付属して設けられるリボイラなどへの処理液の循環経路の一部を、不純物除去部の循環経路と共に用いることができる。

【0022】処理塔における前記処理の際に重合防止剤を用いることで、重合物の生成を抑制することができる。重合防止剤としてはハイドロキノン、メトキノン、フェノチアシン、銅塩化合物、マンガン塩化合物、p-フェニレンジアミン類、N-オキシル化合物、ニトロソ化合物等が挙げられる。重合防止剤に加えて、処理流体に分子状酸素を送り込むことで、より長期に渡って処理塔における処理を安定に稼働させることができる。分子状酸素は、処理流体が流通する経路の何れかの位置に供給すればよく、例えば、処理塔に導入される前の配管系、処理塔の塔底や側面、処理塔に付属するリボイラなどの機器および配管、不純物除去部とその配管、残存液の抜き出し経路などが挙げられる。

【0023】分子状酸素の投入量は、目的に応じて適宜に設定できるが、例えば、(メタ)アクリル酸等の蒸留塔においては、(メタ)アクリル酸またはそのエステルの蒸発蒸気量に対して0.1~1.0容量%程度を投入することが望ましい。

〔利用用途〕本発明は、前記したような処理塔を用いる各種の塔式処理方法に適用できるが、例えば、以下の用途に好適に利用される。

【0024】(メタ)アクリル酸、または、(メタ)アクリル酸エステルの製造工程における蒸留、吸収などの処理に利用される。具体的には、(メタ)アクリル酸等を製造したあとの精製処理に適用すれば、精留処理における重合物の生成および付着の問題を解消することができる。処理塔で前記処理が施される化合物としては、特に制限されないが、重合物などの固体不純物が生成しやすい化合物に好適である。具体的には、ビニル化合物、なかでも特に重合しやすい(メタ)アクリル酸およびそのエステルに好適に用いることができる。アクリル酸エステルとしては、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル等が適用対象として挙げられ、メタクリル酸エステルとしてはメタクリル酸メチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリ

ル酸2-ヒドロキシプロビル等が対象として挙げられる。

【0025】

【発明の実施の形態】図1に示す実施形態は、(メタ)アクリル酸の蒸留処理に適用した場合を示している。(メタ)アクリル酸は、他成分との混合物からなる処理液として供給される。処理液は、導入配管20から導入口12を経て蒸留塔10に導入される。導入口12は、蒸留塔10の上下方向で中央付近の側面に配置されている。

【0026】蒸留塔10では、(メタ)アクリル酸を含む処理液が加熱される。蒸発して塔内を上昇した蒸発物が塔頂部で液化し、取出口14から取出配管22に取り出される。取り出された取出液は、水や溶媒あるいは(メタ)アクリル酸を含んでいる。取出配管22は、途中で分岐して蒸留塔10に戻る経路を有している。蒸留塔10の下方にはリボイラ30を備えている。蒸留塔10とリボイラ30は、両者の間で循環する循環配管32で連結されている。蒸留塔10の塔底に設けられた抜出口16から抜き出された処理液は、循環配管32からリボイラ30に入り、リボイラ30で加熱されたあと、循環配管32から蒸留塔10の塔底近くに戻される。これによって、蒸留塔10内の処理液が所定温度に調整され、安定した蒸留作用が行われる。処理流体は、リボイラ30で加熱されることで自然対流が生じて循環配管32を自然循環する。

【0027】循環配管32は、抜出口16とリボイラ30との間で分岐され、循環配管44につながっている。循環配管44は、ストレーナ40およびポンプ42が順次連結され、蒸留塔10の塔底に設けられた戻し口18で蒸留塔10につながっている。蒸留塔10の抜出口16から抜き出された処理液の一部は、ポンプ42によって循環配管44に強制的に送り込まれ、ストレーナ40で済過処理が施され、処理液に含まれていた固形の不純物が除去されたあと、戻し口18から蒸留塔10に送り返される。

【0028】その結果、蒸留塔10内の処理液は、固形不純物の滞留および蓄積が防止されることになり、蒸留塔10の内壁等に固形不純物が付着する問題が解消される。蒸留塔10内の処理液に固形不純物が蓄積されなければ、リボイラ30やその循環配管32に固形不純物が付着することもなくなる。さらに、循環配管44は、ポンプ42と戻し口18の間に分岐され、送出配管52につながる。送出配管52は、蒸留塔10で処理されたとの残存液を次の処理工程に送り出す。前記したストレーナ40で固形不純物が除去された処理液が残存液として送り出される。その結果、送出配管52に固形不純物が付着したり、次の工程に固形不純物が送り込まれることが防げる。

【アクリル酸製造ライン】図2は、前記実施形態で説明

した(メタ)アクリル酸の蒸留処理を含むアクリル酸製造ラインを示している。

【0029】前記図1に示す蒸留塔10を共沸分離塔として用いる。共沸分離塔10およびその周辺の配管および設備は、前記図1の蒸留塔10と共通している。共沸分離塔10の取出配管22の途中に貯槽102が配置されている。取出配管22は、アクリル酸捕集塔110の塔頂に連結され、ここでアクリル酸が捕集される。

【0030】共沸分離塔10の導入配管20は、アクリル酸捕集塔110の塔底に連結される。原料となる処理液は、アクリル酸捕集塔110を経て、アクリル酸捕集塔110で捕集されたアクリル酸などとともに共沸分離塔10に導入される。共沸分離塔10の送出配管52は、軽沸点物分離塔120から高沸点物分離塔130に連結されている。送出配管52から送り出された残存液は、各分離塔120、130を経て、軽沸点物および高沸点物が分離される。

【0031】図示した実施形態では、不純物除去部となるストレーナ40などを共沸分離塔10のみに設置しているが、その他の処理塔すなわち捕集塔110や軽沸点物分離塔120、高沸点物分離塔130に、不純物除去部を設けることも可能である。

【0032】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に詳しく説明する。

<実施例1>図1に示す構成の蒸留装置を用いて、アクリル酸水溶液の蒸留を行った。塔径1.8mの蒸留塔(無堰多孔板を40段装着)は、塔頂部に取出口および取出配管を備える。塔中央部には、原料となる処理液が供給される導入配管および導入口を備える。塔下部には、処理液が循環する循環配管とその途中にストレーナを備える。さらに、自然循環型で処理流体が管側を通過する堅型多管式リボイラー(管の内径30mm、管の長さ4000mm、管の数310本)を備える。

【0033】処理液は、プロピレンの接触気相酸化により生成したアクリル酸を含有する反応ガスから水によってアクリル酸を吸収したアクリル酸水溶液(アクリル酸65重量%、酢酸2重量%、水31重量%、その他2重量%)を用いた。処理液を蒸留塔の20段より毎時630kgで供給した。還流液としてメチルイソブチルケトン用い、塔頂より毎時850kgで供給した。

【0034】操作圧150hpa、塔底温度100°Cで蒸留塔の運転を行い、塔頂より水およびメチルイソブチルケトンを分離し、塔底より残存液として粗製アクリル酸を毎時5160kgで回収した。この際、重合防止剤として、ジブチルジチオカルバミン酸銅塩を30ppm、ハイドロキノンを200ppm(いずれもアクリル酸の蒸発蒸気量に対する量)を用い、塔頂より還流液に添加溶解して導入した。また、蒸留塔の塔底よりアクリル酸の蒸発蒸気量に対して0.3容量%の分子状酸素を投入した。

【0035】塔底より抜き出した粗製アクリル酸溶液をストレーナに導入し、ストレーナより出た液を塔底液送液用のポンプを用いて、毎時860kgの量で塔底に循環させた。また、ストレーナを通過した液の一部は送出配管に送り出され、毎時4300kgで系外に回収した。この条件にて90日間連続運転したところ、常に安定した状態が得られ、運転停止後、塔底液抜き出し管、塔底液送液ポンプ、リボイラーのいずれにおいても固体物の付着は全く認められなかった。

【0036】<比較例1>実施例1においてストレーナから出た液を塔底の戻し口に返さず、全てを送出配管に送り出した以外は、実施例1と同様にして、アクリル酸水溶液の蒸留を行った。運転中にリボイラーのシェル圧の上昇が認められたので、25日に運転を停止した。点検した結果、塔底液抜き出し管、塔底液送液ポンプ、リボイラーに固体物の付着が認められ、特にリボイラーにおいては管の全数310本の内107本が固体物により閉塞していた。

【0037】<実施例2>塔径1.2mの蒸留塔（無堰多孔板を20段装着）を用いて、粗製アクリル酸ブチルの蒸留を行った。蒸留塔は、塔頂部に還流液供給管、塔下部に処理液導入口を備える。強制循環型でプロセス流体が管側を通過する横型多管式リボイラー（管の内径30mm、管の長さ4000mm、管の数70本）を備える。さらに、処理液の循環経路とストレーナを備える。

【0038】処理液として、アクリル酸とブタノールのエステル化反応により得られた粗製アクリル酸ブチル（アクリル酸ブチル97.5重量%、ブキシプロピオニ酸ブチル1.8重量%、その他0.7重量%）を用いた。処理液を塔底より毎時4700kgで供給した。塔頂より留出するアクリル酸ブチルを、還流比0.3で塔頂より供給した。操作圧70hpa、塔底温度90°Cにて該蒸留塔の運転を行った。塔頂より高沸点不純物を含まない精製アクリル酸ブチルを毎時4500kg、塔底より高沸点不純物の濃縮されたアクリル酸ブチルを毎時400kg抜き出した。この際、重合防止剤として、供給した粗製アクリル酸ブチルに対しハイドロキノンモノメチルエーテルを150ppmを塔頂より還流液に添加溶解して導入した。また、蒸留塔の塔底よりアクリル酸ブチルの蒸発蒸気量に対して0.3容量%の分子状酸素を投入した。

【0039】循環配管に配置されたポンプで、蒸留塔の塔底から強制的に抜き出した処理液をストレーナに通過

させた。ストレーナを通過した液の一部は、毎時200kgの量で塔底に循環させるとともに、残りの一部は送出配管を経て毎時200kgで系外に回収した。この条件下で60日間連続運転したところ、常に安定した状態が得られ、運転停止後、塔底液抜き出し管、塔底液送液ポンプ、リボイラーのいずれにおいても固体物の付着は認められなかった。

【0040】<比較例2>実施例2においてストレーナを通過した液を塔底の戻し口に戻さず全て系外に回収した。それ以外は実施例2と同様にして粗製アクリル酸ブチルの蒸留を行った。運転中にリボイラーのシェル圧の上昇が認められたので、21日に運転を停止した。点検した結果、塔底液抜き出し管、塔底液送液ポンプ、リボイラーに固体物の付着が認められ、特にリボイラーにおいては管の全数70本の内22本が固体物により閉塞していた。

【0041】

【発明の効果】本発明にかかる塔式処理方法および装置は、処理塔内で物理的処理あるいは化学的処理が施される処理液に生成する析出物や重合物などの固体不純物を、循環経路に備えた不純物除去部で効率的に除去できるので、処理装置の設備機器や配管に不純物が付着することが防止でき、目的の処理を安定的に稼働させることができる。

【図面の簡単な説明】

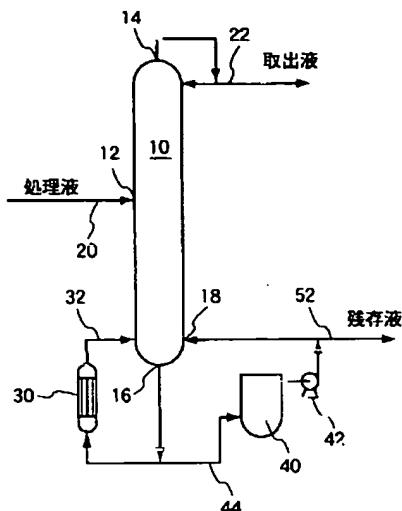
【図1】 本発明の実施形態を表す処理装置の配置構造図

【図2】 別の実施形態を表す処理装置の配置構造図

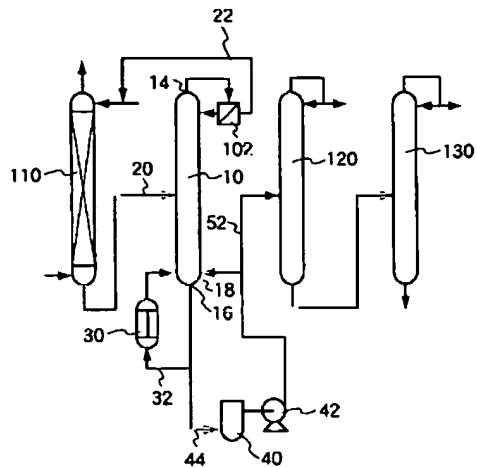
【符号の説明】

- 10 蒸留塔
- 12 導入口
- 16 抜出口
- 14 取出口
- 18 戻し口
- 20 導入配管
- 22 取出配管
- 30 リボイラ
- 32 循環配管
- 40 ストレーナ
- 42 ポンプ
- 44 循環配管
- 52 送出配管

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁷

C 07 C 57/07
57/075
67/54
69/54

識別記号

F I
C 07 C 57/07
57/075
67/54
69/54

(参考)

Z

(72)発明者 上岡 正敏

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内

F ターム(参考) 4D076 AA16 BB03 BB05 BB08 BB23
BB27 CC06 DA03 FA04 FA18
GA03 HA11 HA20 JA02 JA03
4G075 AA03 AA13 BB01 BB02 BB03
BB04 BB05 BB07 BD23 CA02
CA51 EA01 EA06 EB04
4H006 AA02 AD12 AD17 AD41 BB16
BD80 BD84

(72)発明者 笠谷 直人

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内